

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-175602

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)8月7日

G 02 B 5/30
B 29 C 55/04
// B 29 K 29:00
B 29 L 11:00

7529-2H
7446-4F
4F
4F

審査請求 未請求 発明の数 3 (全6頁)

⑮ 発明の名称 偏光子およびその製法

⑯ 特 願 昭61-12951

⑰ 出 願 昭61(1986)1月23日

優先権主張 ⑱ 1985年1月25日 ⑲ 米国(US) ⑳ 694921

⑳ 発 明 者	ジェームス エル. ラ シツク	アメリカ合衆国マサチューセッツ州ナティック, ウイルソ ン ストリート 12
㉑ 発 明 者	ノーマン グブリュ. スクラー	アメリカ合衆国マサチューセッツ州レキシントン, デックス ター ロード 49
㉒ 発 明 者	ジョルジョ ビー. ト ラパニ	アメリカ合衆国マサチューセッツ州ケンブリッジ, ハバー ド アベニュー 42
㉓ 出 願 人	ボラロイド コーポレ ーション	アメリカ合衆国マサチューセッツ州ケンブリッジ, テクノ ロジィ スクウェア 549
㉔ 代 理 人	弁理士 浅 村 皓	外2名

明 細 書

1. 発明の名称

偏光子およびその製法

2. 特許請求の範囲

(1) ポリビニルアルコールの一軸延伸フィルムを
ヨード着色用溶液に浸漬し、そして

該着色フィルムをホウ酸とヨウ化カリウムと亜
鉛イオンとの水溶液を含むホウ酸エステル化用溶
液に浸漬しながら実質的に先の一軸延伸方向に再
延伸する

工程を含むことを特徴とする偏光素子製造方法。

(2) ポリビニルアルコールの該一軸延伸フィルム
は延伸方向にはその標準寸法の約3.6倍であり、
そして該再延伸はフィルムの延伸寸法の約35%
〜約50%である、特許請求の範囲第1項の方法。

(3) 該再延伸はフィルムの延伸寸法の約40%で
ある、特許請求の範囲第2項の方法。

(4) さらに、該一軸延伸フィルムを該ヨード着色
用溶液中に浸漬しながら実質的に先の一軸延伸方
向に弛緩させる工程を包含する、特許請求の範囲

第1項の方法。

(5) 該弛緩は該一軸延伸寸法の約5%〜約15%
である、特許請求の範囲第4項の方法。

(6) 特許請求の範囲第1項の方法で製造されたこ
とを特徴とする、ヨードで着色され且つ亜鉛イオ
ンを含むポリビニルアルコールの一軸延伸フ
ィルムからなる可視域偏光子材料。

(7) ヨードで着色され且つ亜鉛イオンを含む
ポリビニルアルコールの一軸延伸フィルムを含む
可視域偏光子材料であつて、かつこの偏光子材料
が特許請求の範囲第4項の方法で製造されたこと
を特徴とする可視域偏光子材料。

3. 発明の詳細な説明

発明の背景

本発明は高能力の可視域2色性偏光素子および
その偏光子材料の製造方法に関する。

米国特許第4,166,871号には亜鉛イオンを
導入されたヨード着色ホウ酸エステル化ポリビ
ニルアルコール偏光素子が開示されている。これ等
偏光素子は大いに有効である；それ等は直交位置

特開昭61-175602(2)

にあるとき可視スペクトルに対して高い吸光度を示し、そして平行位置に配列されたときに可視スペクトルに対して良好な透過度を示す。しかしながら、かかる偏光子の性能に対する要求は増大しており、それ等の性質を改善する研究が続けられている。

例えば、極めて明かるい可視光線の突然の出現にさらされることによる閃光失明から目を保護するために着用されるゴーグルのような用途に使用される場合、偏光子はできるだけ高い消光特性を有すると同時に平常視覚を防げないようにできるだけ高い透過状態を付与することが望ましい。しかしながら、一般に、従来の偏光子は透過度と消光とのかね合いが問題である。高い消光を達成する最も直接的な方法は2色性光吸収団の濃度を増大させることである。ところが、当業者に周知のように、2色性光吸収団の濃度の増大は明所透過レベルを低下させる結果になることを避けることができない。

本発明は与えられた消光レベルの割にはより高

率を提供できることが判明した。高能力2色性偏光子は理論上制限を受ける。完全な2色性偏光子は入射非偏光の半分を完全に透過し、そして残りの半分を完全に吸収するであろう。2つの表面での反射損失(偏光子材料と空気との間の屈折率不整合による)を伴うとき、空気中での完全2色性偏光子の非偏光に対する最大透過度は約46%である。以下に詳述するように、本発明によれば非常に高い消光と41~42%の非偏光透過度を有する偏光子を製造することができ、かなりの進歩をもたらす。

好ましい願様の記述

本発明の目的および特徴をさらによく理解できるように、図面を参考に本発明の様々な好ましい願様を詳述する。

ポリビニルアルコールのシートは既知手法によつて一軸延伸できる。本発明に使用されるポリビニルアルコール材料は一般に約0.038~約0.051mmの厚さ、好ましくは約0.046mm厚を有する。このシートは約125℃の温度の熱風炉

内透過率を示す可視域偏光子、即ち、高い透過率を損わずにより高い消光を示す素子、およびその偏光子材料の製造法に關する。

発明の概要

本発明の目的は改善された可視域偏光子を提供することである。

さらに、本発明の目的は非常に高い消光特性ばかりでなく高い透過率特性を有するかかる素子を提供することである。

さらに、本発明の目的は改善された偏光子材料の製造方法を提供することである。

これ等およびその他の目的および効果は、ポリビニルアルコールの一軸延伸シートをヨード浴中に浸漬することによつて着色し、そしてその着色シートを亜鉛塩含有ホウ酸エステル^(borsting)化用溶液で処理しながら実質的に同方向に更に延伸する工程を含む高能力可視域2色性偏光子材料の製造方法を提供することによつて本発明によつて達成される。

本発明によつて製造された偏光子材料を用いて、非常に高い消光レベルと高い透過率を有する偏光

内でその標準寸法の約2.5~約4倍、好ましくは約3.6倍に初期一軸延伸される。最初に0.046mm厚で940mm巾であつたポリビニルアルコールシートはその標準寸法の約3.6倍に延伸されると約0.025mmの厚さと約533mmの巾になる。配向の一様性を有する最高能力の偏光子材料を製造することが望まれる好ましい願様においては、そのシートの中心から約254mm巾のストリップを採取して次の処理に使用する。

延伸ポリビニルアルコールシートは望ましくは断えぬぎや破れやしわを有すべきでないので、延伸シートを巻き取る前に支持体材料(例えば後で処理前に取り除かれる約0.127mm厚のセルローストリアセテートフィルム)にラミネートすることが好ましい。

第1図には延伸ポリビニルアルコール/セルローストリアセテートのラミネートのロール10が示されている。ラミネートは一對の駆動ニップロール12および14を通過つて前進させられ、そしてセルローストリアセテートフィルムが除去され

特開昭61-175602(3)

て容器16に回収される。それから、延伸ポリビニルアルコールシートは固定曲りロール18の上を前進させられ、そしてタンク20のヨード着色浴に入る。ヨード着色浴の組成は好ましくはヨード/ヨウ化カリウム/水(好ましくは1/237/3727重量比)である。浴は加熱および再循環手段(図示されていない)によつて約30℃±2℃の温度に保たれ且つ速やかに再循環される。

図示されているように、ポリビニルアルコールシートはヨード着色浴中に浸漬される。浴中を通る移動速度および浴中の滞留時間はポリビニルアルコールが実質的にその厚さ全体に膨潤でき且つ着色用溶液がシートの両表面からかなりの程度にシート中に浸透できるように選択される。一般に、着色用溶液はシートの各表面からシート厚の約1/3浸透する。

一態様においては、シートは一定速度でインキ浴中を移動させられる。図示されている配列の場合、約0.3m/分の速度に於いてはポリビニルアルコールシート上のどの点も一般に浴中に約5.4

分間滞在し、そして約1m/分の速度に於いては浸漬時間は約2.3分である。別の態様においては、延伸ポリビニルアルコールシートはヨード浴中に浸漬されている間に一軸延伸方向に一般に約5〜約15%、好ましくは約7%弛緩される。

シートは初期の場合よりも一軸延伸させないようにすることによつて弛緩される。これはヨード着色浴中への浸漬前にシートをその延伸状態に保持する力の一部を解放して延伸方向にたるみを誘発させ、次いでシートを浴中にある間に再度緊張させることによつて行うことができる。例えば、その標準寸法の約3.6倍に一軸延伸されているポリビニルアルコールフィルムを約368mmの長さで考察し、それを調節可能なクランプに置く。クランプを約25mm縮めると、フィルムに約25mmのたるみが誘発される。それから、そのクランプされたフィルムはヨード着色浴中に浸漬され、その中でフィルムが再び緊張されるまで滞在させられる。この手順によつてフィルムは約6.9%弛緩される。

図示されているように、ポリビニルアルコールシートは浴から出る前に自由回転アイドルロール22および24、大きなラップ角例えば約200°と高湾曲度例えば約3.3°を有する可変曲り拡張ロール26、および自由回転アイドルロール28、30および32のまわりを通過し、そして例えば2.6°の湾曲度を有する可変曲り拡張ロール34の上を通過する。拡張ロール18、26および34はゴム被覆ロールであり、シートのしわを防止するのに役立つ。可変曲りロール26および34はシートがヨード着色浴に立ち入り立ち出る速度に依存する様々な湾曲度を有するものであることが認識されよう。約0.3m/分の速度に於いては約5.4分の浸漬時間でそしてそれぞれ3.3°および2.3°の湾曲度を有する可変曲りロール26および34を用いると、254mm初期延伸ポリビニルアルコールシートは浴の膨潤効果と拡張ロールの拡張効果の結果として巾が約7%増大するであろう。それから、着色ポリビニルアルコールシートはウェブ速度を維持し且つシ-

トから過剰のインキを絞る駆動ニップロール36および38を通過する。

それから、着色シートはタンク40の中の亜鉛塩を含むホウ酸エステル化用溶液の中を通過させられる。ホウ酸エステル化用溶液はヨウ化カリウム、ホウ酸、塩化亜鉛、および水から、好ましくは1.02/1.25/1.0/26.49重量比で構成されていてもよい。シートはホウ酸エステル化用溶液中に浸漬されている間に、初期延伸度に或る程度依存して、溶液に入る前のその寸法の一般に約30%〜約100%だけ再度延伸される。シートがその標準寸法の約3.6倍に初期延伸されていた場合には、一般にシートは溶液に入る前のその寸法の約35%〜約50%、好ましくは約40%だけ延伸される。延伸はシートが初期延伸されたときと同方向に、例えば約±3°の範囲内で、行われる。ホウ酸エステル化用溶液はこの点で要求されるシートの延伸度に或る程度依存して例えば約55℃〜約66℃の高温に維持される。より高い延伸度のためにはより高い温度が必

特開昭61-175602(4)

製とされる。具体例におけるホウ酸エステル化用溶液中で印加される延伸度は初期延伸度および最終偏光子材料に要求される性質に依存する。一般に、ポリビニルアルコールシートの初期寸法の全体で約5〜約5 $\frac{1}{2}$ 倍に延伸されている偏光子材料を製造することが好ましい。一般に、最適偏光特性を有する偏光子材料はシートを破損することなくできる限り高度に延伸することによつて製造される。

着色シートはゴム被覆固定曲りロール42のまわりをまわつてホウ酸エステル化用溶液に入る。ロール36および38によつて形成される入口ニップと駆動ニップロール44および46によつて形成される出口ニップは必要な表面速度の例えば約40〜45%の増大に適するように設定される。トラッキングロール48および50は対称に取付けられており、同様にトラッキングロール52および54があり、そしてウェブに延伸を強制するように大きさが決められている。ロール50はロール48より大きい直径を有し、そしてロール

52はロール54より大きい直径を有する。ロール56は自由回転アイドラーロールである。ホウ酸エステル化用溶液は再循環手段（図示されていない）によつて絶やかに再循環される。シートが溶液に約0.3 m/分の速度で入り0.42 m/分の速度で立ち上がり、そして浸漬時間が温度60℃で約3.4分である場合には、溶液を立ち上げるシートの中は溶液に入る時のその約70%である。ホウ酸エステル化用溶液は一般にシートの厚さ全体に浸透する。

ウェブがホウ酸エステル化用溶液を縫つて通るときにその溶液を約49℃〜約52℃に予め加熱せしめそして温度をウェブが溶液中を連続して移動するときに必要なレベルにまで上昇させることが好ましい。一般に、溶液は約55℃〜約66℃の範囲に保たれる。ホウ酸エステル化用溶液の温度は必要なレベル近く例えば±1℃の範囲内に厳重に制御されるべきである。必要な温度より低いと必要な延伸度より低い結果を従つて低い偏光効率を生じることがある。それより高い温度

はウェブの過剰たるみ、ウェブの破壊傾向、またはその両方のような不安定さをこの方法に誘発することがある。

ウェブがホウ酸エステル化用溶液を立ち去ると、ウェブはしわを防止する固定曲り、ゴム被覆被覆ロール58の上を移動し、そして過剰のホウ酸エステル化用溶液はニップロール44および46によつて除去される。残留液および塩析着物は真空の助け（図示されていない）によつて乾燥状態に保たれるコットンペロア地ワイパー60および62によつてまずシートの一側の側から次いで他側の側から除去される。ワイパーは一般に約90 mmの直径を有し、そしてシートは一般に各ワイパーのまわりに30°のラップ角をつくつて十分な抗力と高いウェブ張力を導入する。それからウェブは強制通風周囲条件乾燥炉64中を一般に約1.5〜約4.5分間で通つて前進させられ、それからロール66に巻き取られる前に周囲条件で搬送されることによつてさらに乾燥される。ウェブの巾は一般にさらに約3%減少する。偏光子材料は

巻取ロールの隣接ラップ間で0.0254 mm厚ポリプロピレンシート（図示されていない）を差し込まれる。

次に本発明を実施例によつて具体的な好ましい態様についてさらに記述するが、これは例示であつて、本発明は実施例に引用されている材料、条件、プロセスパラメーター等に限定されないと云うことが理解されよう。部およびパーセントは別に特定されていない限り重量による。

実施例1

一方向にその標準寸法の約3.6倍に一軸延伸されて厚さ約0.0254 mm±0.00254 mmを有し長さ約368 mmと巾約432 mmのポリビニルアルコールキャストフィルム（信越（株）製タイプC-20ポリビニルアルコールからキャストされた）を調整可能なクランプに装架した。それから、クランプを約25 mm縮めてフィルムに長さ方向のたるみを誘発させた。それから、そのクランプされたフィルムを28℃のヨード着色浴中に200秒間浸漬させ、その時間中フィルムを弛緩させた。

特開昭61-175602(5)

即ち、再び緊張させるためにたぐりこませた。浴は1/237/4920の重量比のヨード/ヨウ化カリウム/水から構成された。クランプフィルムを浴から取り出し、少なくとも30秒間水を流出させてから、約63℃の温度で1.02/1.25/1.0/26.49の重量比のヨウ化カリウム/ホウ酸/塩化亜鉛/水からなるホウ酸エステル化用溶液中に浸漬した。浴中に1¹/₂分間滞在した後、まだ浴中に居るフィルムを1¹/₂分間かけて長さ方向に483mmの長さに延伸した。それは約41%の延伸を表わす。この工程の終りにはフィルムの中は約343mmに減少した。

それからフィルムをホウ酸エステル化用溶液から取り出して5秒間水を流出させた。フィルムを溶液から取り出してから15秒以内にフィルムの両表面を湿った水湿潤性チーズクロスワイパーで約1分間拭いた後、乾燥ティッシュで2分間ドライワイピングした。乾燥されたフィルムはクランプのまま2~4分以上の間放置され、それからクランプから抜き取られ、ペーパーを差し込まれ、

そして21℃~24℃で相対湿度40%~50%で貯蔵された。

フィルムはこの条件で24時間以上貯蔵された。本発明(1)によつて製造された偏光子材料の性質と従来技術(AおよびB)によつて製造された2種類の市販の偏光子材料の性質を下記に列挙する。偏光子Aはボラロイド社製HN-388偏光子材料であり、偏光子Bはボラロイド社製HN-42偏光子材料である。

偏光子	配 置	明所透過度%	主波長 (nm)	純度 (%)
A	単一フィルム	38.2	571	9.9
	平行対	29.3	572	19.0
	直交対	0.0015	509	25.5
B	単一フィルム	41.8	478	4.0
	平行対	34.5	496	2.0
	直交対	0.67	497	91.0
C	単一フィルム	41.8	574	4.0
	平行対	35.0	575	8.0
	直交対	0.0014	516	35.0

データからわかるように、偏光子Cは消光性(直交対)については偏光子Aに匹敵し、それではるかに優れた透過度(平行対)を有する。さらに、偏光子C材料は色が従来材料よりも中性である(理想的に中性の偏光子材料は茶に近い純度%を示す)。さらにデータは偏光子Cと偏光子Bが同等の透過性(平行対)を有するが前者はるかに優れた消光性(直交対)を有することを示している。

第2図は偏光子A、B、およびCについて透過度-波長曲線(平行対)を示すグラフである。第3図はこれ等偏光子について透過度-波長曲線(直交対)を示すグラフである。本発明の偏光子は従来の偏光子のどちらよりも全体的にかなり優れた性質を有していることがわかる。

本発明はいくつかの態様に関して記載されているが、これ等は単なる例示であつて本発明を制限するものではなく、当業者には本発明の思想の範囲内および特許請求の範囲内での変更・変形が可能であることが認識できよう。

特開昭61-175602(6)

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の方法を実施するための好ましい装置の概略図であり；

第2図は本発明の2色性偏光子と従来の2種類の素子についての透過度-波長曲線（平行対）を要わすグラフであり；そして

第3図はそれ等偏光子についての透過度-波長曲線（直交対）を要わすグラフである。

代理人 浅 村 皓

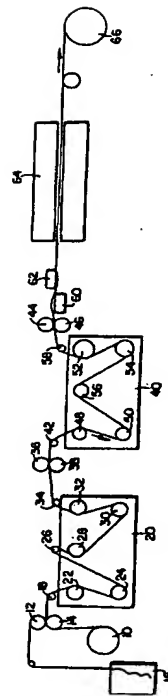


FIG. 1

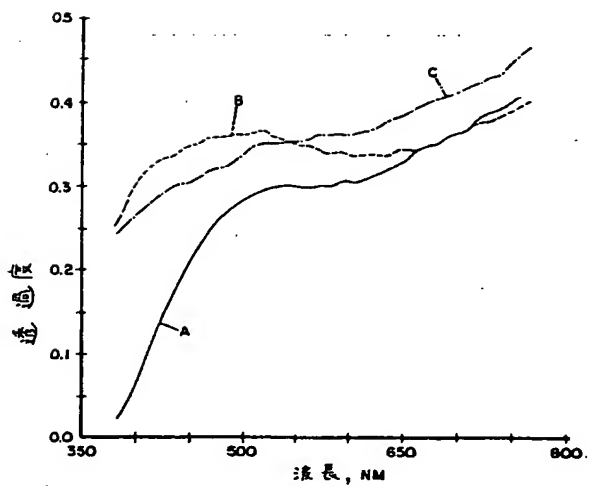


FIG. 2

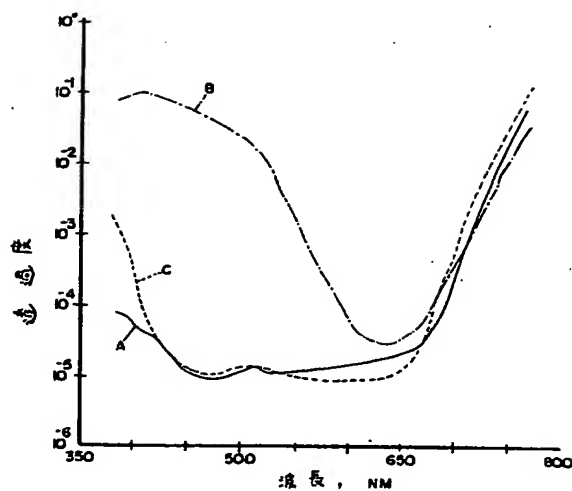


FIG. 3